

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

**2 599 592**

(21) N° d'enregistrement national :

**86 08530**

(51) Int Cl\* : A 01 N 25/04, 59/02.

(12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 10 juin 1986.

(30) Priorité :

(71) Demandeur(s) : *Société anonyme dite : Les Dérivés Résiniques et Terpéniques D.R.T., et Société à responsabilité limitée dite : Société d'Application de Méthodes Modernes en Agriculture S.A.M.M.A. — FR.*

(72) Inventeur(s) : Ghislain Dufau.

(43) Date de la mise à disposition du public de la demande : BOP « Brevets » n° 50 du 11 décembre 1987.

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : Cabinet Beau de Loménie.

(54) Composition liquide pour le traitement préventif et curatif des maladies cryptogamiques de type oïdium et procédé pour la mise en œuvre de cette composition.

(57) La présente invention a pour objet une composition liquide pour le traitement préventif et curatif des maladies cryptogamiques de type oïdium comportant du soufre broyé fin ou micronisé en suspension dans un liquide, caractérisée en ce que ledit liquide est une émulsion d'huile de pin dans un mélange d'eau et d'un ou plusieurs agents tensio-actifs, dont le rapport en poids huile de pin/soufre est compris entre 0,06 à 0,43, de préférence 0,15 à 0,20; les huiles de pin sont constituées par les mélanges d'alcools terpéniques pouvant contenir jusqu'à 30 % de carbures terpéniques insaturés, de préférence 5 à 15 %; ladite composition pouvant comporter en outre un additif antigel, et/ou un épaississant, et/ou un agent anti-mousse, et/ou un agent conservateur et/ou des oligo-éléments.

FR 2 599 592 - A1

Composition liquide pour le traitement préventif et curatif  
des maladies cryptogamiques de type oïdium et procédé pour la mise en  
oeuvre de cette composition.

La présente invention a pour objet une composition liquide  
5 pour le traitement préventif et curatif des maladies cryptogamiques de  
type oïdium et des procédés pour la mise en oeuvre de cette composition.

Le secteur technique de l'invention est celui des composi-  
tions phytosanitaires.

Il est connu d'après le brevet FR-A-2 517 516 que les compo-  
10 sitions pâteuses d'alcools terpéniques, d'oléocétylsulfonate de sodium  
et de soufre mouillable micronisé, ont des actions préventives et  
curatives contre les oïdiums.

L'objectif de la présente invention est la préparation d'une  
formulation possédant les mêmes propriétés que lesdites compositions  
15 pâteuses mais dans une présentation sous forme de poudre mouillable  
micronisée en formulation liquide encore appelée "flowable" réalisée  
à partir d'une matière active solide insoluble dans l'eau et maintenue  
en suspension concentrée dans une émulsion.

Cet objectif est atteint par la composition liquide pour le  
20 traitement préventif et curatif des oïdiums comportant du soufre broyé  
fin ou micronisé en suspension dans un liquide, caractérisée en ce que  
ledit liquide est une émulsion d'huile de pin dans un mélange d'eau et  
d'un ou plusieurs agents tensio-actifs.

Selon l'invention, le rapport en poids huile de pin / soufre  
25 est compris entre 0,06 et 0,43, de préférence 0,15 à 0,20.

Les huiles de pin sont constituées par des mélanges d'alcools  
terpéniques pouvant contenir jusqu'à 30 % de carbures terpéniques insa-  
turés, de préférence 5 à 15 %.

Les tensio-actifs choisis ont des propriétés mouillantes et  
30 dispersantes vis à vis du soufre ainsi que des propriétés émulsifiantes  
vis à vis de l'huile de pin. Cela peut être obtenu en utilisant un pro-  
duit unique qui possède ces propriétés, par exemple des sels de phos-  
phates de polyarylphénols éthoxylés.

Une autre possibilité consiste à effectuer des mélanges de  
35 tensio-actifs, par exemple du type non ionique tels que les alkyls phé-  
nols éthoxylés ou du type anionique tels que par exemple des lignosul-  
fonates, des sels d'alkylnaphtalènes sulfonates, des résines crésol-  
formol sulfonées, des sels de phosphates de polyarylphénols éthoxylés,

des sels d'acides polycarboxyliques, des sels de polynaphtalènes sulfonates etc. ...

Pour la préparation d'une telle composition, on utilise un soufre simplement micronisé ou broyé très finement et non pas nécessairement un soufre "mouillable" micronisé.

A la différence des dispersions uniquement aqueuses et fluides de soufre couramment utilisées dans le cadre de la lutte contre les oïdiums, la composition selon l'invention comporte du soufre micronisé ou broyé fin, maintenu en suspension concentrée dans une émulsion préparée à partir d'huile de pin et d'eau.

Pour un litre de concentré, les valeurs moyennes entrant dans la composition liquide selon l'invention sont les suivantes :

- 60 à 170 g. d'huile de pin;
- 25 à 70 g. d'agents tensio-actifs;
- 400 à 1000 g. de soufre micronisé ou broyé fin;
- et Q.S. d'ingrédients divers tels qu'un additif pour améliorer la tenue au gel, par exemple du monoéthylène glycol ou du mono-propylène glycol etc. ...
- un épaississant ayant un rôle sur la stabilité de l'émulsion de la dispersion de soufre, par exemple une hétéropolysaccharide du type gomme de xanthane ou autre épaississant similaire;
- un antimosse;
- un conservateur etc. ... et de l'eau : Q.S.P. 1000 ml.

Le rapport huile de pin / soufre est compris entre 0,06 et 0,43, de préférence 0,15 à 0,20.

D'autres produits peuvent être introduits dans ladite composition afin d'étendre son action.

On peut par exemple ajouter des oligo-éléments dans la phase aqueuse, par exemple du sulfate de cuivre, du sulfate de zinc, du sulfate de manganèse, du tétraborate de sodium etc. ...

Il est également possible d'incorporer toute autre substance insoluble dans l'eau mais dispersible dans celle-ci ou soluble dans l'huile de pin.

On donne ci-après trois exemples de formulations de la composition selon l'invention :

#### EXEMPLE I -

- Soufre broyé tamisé (93% passant au tamis 270).... 600 g.
- Ether tributylphénolpolyglycolique ..... 20 g.

	- Résine crésol-formol sulfonée .....	20 g.
	- Huile de pin (à 9,5% de carbures terpéniques) .....	100 g.
	- Monoéthylène glycol .....	80 g.
5	- Hétéropolysaccharide du type gomme de xanthane (solution à 2%) .....	100 g.
	- Antimousse .....	Q.S.
	- Conservateur .....	Q.S.
	- Eau .....	QSP 1000 ml
	<u>EXEMPLE II -</u>	
10	- Soufre broyé tamisé (93% passant au tamis 270) ....	700 g.
	- Ether tributylphénol polyglycolique .....	23 g.
	- Résine crésol-formol sulfonée .....	23 g.
	- Huile de pin (à 6,3% de carbures terpéniques) .....	117 g.
	- Monoéthylène glycol .....	80 g.
15	- Hétéropolysaccharide du type gomme de xanthane (solution à 2%) .....	50 g.
	- Antimousse .....	Q.S.
	- Conservateur .....	Q.S.
	- Eau .....	QSP 1000 ml
20	<u>EXEMPLE III -</u>	
	- Soufre broyé tamisé (93% passant au tamis 270) ....	700 g.
	- Sel de phosphate de polyarylphénol éthoxylé .....	23 g.
	- Résine crésol-formol sulfonée .....	23 g.
	- Huile de pin (à 7,2% de carbures terpéniques) .....	117 g.
25	- Monoéthylène glycol .....	80 g.
	- Hétéropolysaccharide du type gomme de xanthane (solution à 2%) .....	75 g.
	- Antimousse .....	Q.S.
	- Conservateur .....	Q.S.
30	- Eau .....	QSP 1000 ml

Les avantages de la composition liquide selon l'invention sont

les suivants :

- meilleure présentation et facilité incontestable de mise en oeuvre des mélanges de soufre et d'huile de pin;
- nette amélioration de l'efficacité des produits actuellement utilisés dans la lutte contre les oïdiums et plus particulièrement par les compositions à base de soufre :
- . renforcement de l'action préventive du soufre;

. apport inattendu d'une action curative qu'il ne possédait pas à l'origine;

. effet rémanent accru attribuable à une association judicieuse d'huile de pin et de soufre.

- 5 On notera également que pour la lutte préventive des oïdiums, les traitements actuellement appliqués sont réalisés sur la base de 800 g. de soufre pur par hectolitre de bouillie de traitement calculés sur la base d'une application à 1000 litre d'eau/hectare.

- 10 La composition liquide selon l'invention, outre qu'elle permet de traiter curativement les oïdiums, autorise de ne faire des apports de soufre pur que de 300 g. par hectolitre de bouillie de traitement calculés sur la base de 1000 litres d'eau/hectare.

Des essais ont été effectués afin de vérifier l'efficacité de cette composition.

- 15 Des résultats satisfaisants ont été obtenus dans la lutte contre l'oïdium sur le tabac, les pommiers et la vigne à la dose préconisée, à savoir des traitements de 0.5 l. de composition par hectolitre d'eau, sur la base de 1000 litres de bouillie à l'hectare, et ceci en comparaison avec des traitements :

- 20 - de soufre mouillable à la dose de 10 kg/ha,  
- de produits de synthèse sur la base de 12 g. de matières actives à l'hectare.

Pour la mise en oeuvre de la composition selon l'invention, un procédé de fabrication se caractérise par les opérations suivantes :

- 25 - on prépare une solution comprenant un ou plusieurs agents tensio-actifs et de l'eau;  
- on ajoute, sous agitation lente, l'huile de pin et on met en émulsion le mélange obtenu;  
- on disperse dans cette émulsion et sous forte agitation le  
30 soufre;

- et on broye ladite dispersion en vue d'obtenir une répartition granulométrique ayant un minimum de 40 % de particules de diamètre 6 microns ou moins sous contrôle de la température, celle-ci étant comprise entre 10 et 50°C, de préférence entre 20 et 30°C.

- 35 Selon ce procédé et pour la fabrication d'un litre de composition :

- on prépare une solution comprenant un ou des agents tensio-actifs introduits dans un mélange de monoéthylène glycol et d'eau

afin d'obtenir un volume de 900 ml après ajout des matières actives;

- on ajoute l'huile de pin sous agitation lente puis on met en émulsion ce mélange;

- on ajoute une première fraction d'antimousse à la fin de  
5 cette opération;

- sous forte agitation et au moyen d'une turbine appropriée, on disperse soigneusement le soufre dans cette émulsion;

- on broye ensuite ladite dispersion dans un broyeur à billes. La température de la dispersion est contrôlée afin de ne pas dé-  
10 passer 50°C, de préférence 30°C. Le broyage peut être effectué en une ou plusieurs passes. Les caractéristiques de l'appareil sont réglées afin d'obtenir une répartition granulométrique ayant un minimum de 40 % de particules de diamètre 6 microns ou moins;

- on ajoute éventuellement une seconde fraction d'antimousse  
15 au cours du broyage;

- la finesse de la dispersion est contrôlée par exemple au granulomètre à laser;

- enfin et sous agitation lente afin d'éviter toute incorporation d'air, on termine la préparation de la suspension en ajoutant  
20 une quantité convenable de solution de 2 % de polyhétérosaccharide et du complément nécessaire d'eau pour ajuster la concentration et la viscosité.

Un autre procédé de fabrication de la composition selon l'invention peut encore être appliqué. Un tel procédé se caractérise par  
25 les opérations suivantes :

- on prépare une solution comprenant un ou plusieurs agents tensio-actifs et de l'eau;

- on disperse dans cette solution et sous forte agitation le soufre;

- on broye ladite dispersion en vue d'obtenir une répartition granulométrique ayant un minimum de 40 % de particules de diamètre 6 microns ou moins sous contrôle de la température, celle-ci étant comprise entre 10 et 50°C, de préférence entre 20 et 30°C;

- on ajoute enfin, sous agitation lente, l'huile de pin qui  
35 est mise en émulsion.

Selon ce second procédé et pour la fabrication d'un litre de composition :

- on prépare une solution comprenant un ou plusieurs

tensio-actifs introduits dans le mélange de monoéthylène glycol et d'eau;

- on ajoute une première fraction d'antimousse à la fin de cette opération;
- 5       - sous forte agitation et au moyen d'une turbine appropriée, on disperse le soufre dans cette solution;
- on broye ensuite cette dispersion dans un broyeur à billes tout en contrôlant la température de la dispersion afin de ne pas dépasser 50°C, de préférence 30°C;
- 10       - comme dans le procédé précédent, le broyage peut être effectué en une ou plusieurs passes. Les caractéristiques de l'appareil sont réglées de sorte à obtenir une répartition granulométrique ayant un minimum de 40 % de particule de diamètre 6 microns ou moins;
- on ajoute éventuellement une seconde fraction d'antimousse
- 15 au cours du broyage;
- on contrôle ensuite la finesse de la dispersion avec un granulomètre;
- on ajoute enfin, sous agitation lente, l'huile de pin ainsi qu'une quantité convenable de solution à 2 % de polyhétérosaccharide
- 20 et éventuellement un complément nécessaire d'eau pour ajuster la concentration et la viscosité.

REVENDEICATIONS

1. Composition liquide pour le traitement préventif et curatif des maladies cryptogamiques de type oïdium comportant du soufre broyé fin ou micronisé en suspension dans un liquide, caractérisée en ce que  
5 ledit liquide est une émulsion d'huile de pin dans un mélange d'eau et d'un ou plusieurs agents tensio-actifs.

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le rapport en poids huile de pin / soufre est compris entre 0,06 et 0,43, de préférence 0,15 à 0,20.

10 3. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce que les huiles de pin sont constituées par des mélanges d'alcools terpéniques pouvant contenir jusqu'à 30 % de carbures terpéniques insaturés, de préférence 5 à 15 %

4. Composition selon l'une quelconque des revendications 1 à  
15 3, caractérisée en ce qu'elle comporte pour un litre :

- de 60 à 170 g. d'huile de pin;
- de 25 à 70 g. d'agents tensio-actifs;
- de 400 à 1000 g. de soufre broyé fin ou micronisé.

5. Composition selon la revendication 4, caractérisé en ce  
20 qu'elle comporte en outre un additif antigel.

6. Composition selon l'une quelconque des revendications 4 ou 5, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un épaississant ayant un rôle sur la stabilité de l'émulsion et sur la dispersion du soufre.

7. Composition selon l'une quelconque des revendications 4 à 6,  
25 caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un agent anti-mousse facilitant le débullage de la dispersion.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications 4 à 7, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un agent conservateur pour améliorer la protection de l'épaississant.

30 9. Composition selon l'une quelconque des revendications 4 à 8, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre des oligo-éléments.

10. Procédé de fabrication d'une composition liquide pour le traitement préventif et curatif des oïdiums selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé par les opérations suivantes :

35 a)- on prépare une solution comprenant un ou plusieurs agents tensio-actifs et de l'eau;

b)- on ajoute, sous agitation lente, l'huile de pin et on met en émulsion le mélange obtenu;



c)- on disperse dans cette émulsion et sous forte agitation le soufre;

d)- et on broie ladite dispersion en vue d'obtenir une répartition granulométrique ayant un minimum de 40 % de particules de diamètre 6 microns ou moins, sous contrôle de la température, celle-ci étant comprise entre 10 et 50°C, de préférence entre 20 et 30°C.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé par les opérations suivantes.

Pour un litre de composition :

10 a)- on prépare une solution comprenant un ou plusieurs agents tensio-actifs dans un mélange d'antigel et d'eau afin d'obtenir un volume de 900 ml après ajout des matières actives;

b)- on ajoute sous agitation lente l'huile de pin et on met en émulsion le mélange obtenu;

15 c)- on ajoute une première fraction d'antimousse à la fin de cette opération;

d)- on disperse dans cette émulsion et sous forte agitation le soufre;

20 e)- on broie ladite dispersion en vue d'obtenir une répartition granulométrique ayant un minimum de 40 % de particules de diamètre 6 microns ou moins, sous contrôle de la température, celle-ci étant comprise entre 10 et 50°C, de préférence entre 20 et 30°C;

f)- on ajoute enfin sous agitation lente une quantité suffisante de solution à 2 % d'un épaississant et d'eau pour ajuster la concentration et la viscosité.

12. Procédé de fabrication d'une composition liquide pour le traitement préventif et curatif des oïdiums selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisé par les opérations suivantes :

30 a)- on prépare une solution comprenant un ou plusieurs agents tensio-actifs et de l'eau;

b)- on disperse dans cette solution, et sous forte agitation, le soufre;

35 c)- on broie ladite dispersion en vue d'obtenir une répartition granulométrique ayant un minimum de 40 % de particules de diamètre 6 microns ou moins, sous contrôle de la température, celle-ci étant comprise entre 10 et 50°C, de préférence entre 20 et 30°C;

d)- on ajoute enfin, sous agitation lente, l'huile de pin et on met en émulsion le mélange obtenu.

13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé par les opérations suivantes.

Pour un litre de composition :

- a)- on prépare une solution comprenant un ou plusieurs agents tensio-actifs dans le mélange d'antigel et d'eau;
- b)- on ajoute une première fraction d'antimousse;
- c)- on disperse dans cette solution et sous forte agitation, le soufre;
- d)- on broye ladite dispersion en vue d'obtenir une répartition granulométrique ayant un minimum de 40 % de particules de diamètre 6 microns ou moins sous contrôle de la température, celle-ci étant comprise entre 10 et 50°C, de préférence entre 20 et 30°C;
- e)- on ajoute enfin, sous agitation lente, l'huile de pin ainsi qu'une quantité suffisante d'une solution à 2 % d'épaississant et d'eau pour ajuster la concentration et la viscosité et on met en émulsion le mélange obtenu.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 11 ou 13, caractérisé en ce qu'au cours de l'opération de broyage de la dispersion de soufre, on ajoute une seconde fraction d'agent antimousse.